

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-293588

(43)公開日 平成6年(1994)10月21日

(51) Int.Cl. <sup>5</sup> C 30 B 15/12 29/06 H 01 L 21/208	識別記号 5 0 2	庁内整理番号 C 8216-4G H 8216-4G P 9277-4M	F I	技術表示箇所
---	---------------	---	-----	--------

審査請求 未請求 請求項の数2 FD (全4頁)

(21)出願番号 特願平5-105175  
(22)出願日 平成5年(1993)4月7日

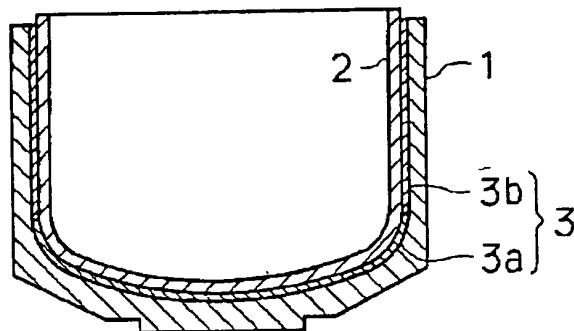
(71)出願人 000184713  
コマツ電子金属株式会社  
神奈川県平塚市四之宮2612番地  
(72)発明者 藤山辰浩  
神奈川県平塚市四之宮2612 小松電子金属  
株式会社内  
(72)発明者 園田浩二  
神奈川県平塚市四之宮2612 小松電子金属  
株式会社内  
(72)発明者 朝長恒成  
神奈川県平塚市四之宮2612 小松電子金属  
株式会社内

(54)【発明の名称】 半導体単結晶の製造方法

(57)【要約】

【目的】 引き上げ法による半導体単結晶の製造において、単結晶化率の向上および酸素誘起積層欠陥の発生率低減と、黒鉛るつぼの耐用回数増大が可能な製造方法を提供する。

【構成】 黒鉛るつぼ1と石英るつぼ2との隙間に、炭素繊維からなる耐熱性シート3を挟持させて単結晶の引き上げを行う。前記耐熱性シート3は、底面シート3aと側面シート3bとによって構成され、黒鉛るつぼ1の内面を被覆する。これにより、黒鉛るつぼ1の分割面および内面のSiC化と、これに伴うるつぼの変形が抑止される。また、従来は黒鉛るつぼ1の内面に蓄積された不純物が前記耐熱性シート3に蓄積される。従って、1回ないし数回の単結晶引き上げのつど耐熱性シート3を交換することにより、黒鉛るつぼ1内面の減肉が抑止されるとともに、内面に蓄積される不純物の量を大幅に減らすことができる。



Ref. #15  
99-3590 (2702)  
Hariprasad Sreedharanurthy  
09/757,121

1

2

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 引き上げ法による半導体単結晶の製造において、原料融液を貯留するるつぼとこのるつぼを収容する支持体との隙間に、前記支持体の内面を被覆する耐熱性シートを挟持させることを特徴とする半導体単結晶の製造方法。

【請求項2】 耐熱性シートが炭素繊維からなるものであることを特徴とする請求項1の半導体単結晶の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

10

## 【0001】

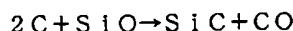
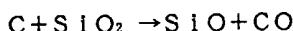
【産業上の利用分野】 本発明は、半導体単結晶の製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 半導体集積回路の基本材料であるシリコン単結晶の製造方法の一つとして、るつぼ内の原料融液から円柱状の単結晶を引き上げる引き上げ法が用いられている。引き上げ法においては、黒鉛るつぼ内に収容した石英るつぼに高純度の多結晶シリコンを充填し、この多結晶シリコンを前記黒鉛るつぼの外周を取り巻くように設けた黒鉛ヒータによって加熱溶融した上、シードチャックに取り付けた種子結晶を前記融液に浸漬し、シードチャックと黒鉛るつぼとを同方向または逆方向に回転しつつシードチャックを引き上げて、シリコン単結晶を成長させる。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 引き上げ法によりシリコン単結晶の成長を行う場合、黒鉛るつぼと石英るつぼとが下記の式に示すような化学反応を起こし、黒鉛るつぼがSiC化する。



一般に黒鉛るつぼは2分割ないし3分割されているが、分割面がSiC化すると合わせ面の隙間が次第に大きくなり、黒鉛るつぼの変形が起こる。これに伴って前記黒鉛るつぼ内に収容された石英るつぼも変形して融液面位置が変化するとともに、前記黒鉛るつぼの分割面近傍の温度が低下するため、融液の温度分布が変化して引き上げ中の単結晶の成長が阻害される。また、単結晶の熱履歴も変化する。このような不具合の発生を未然に防止するため、単結晶の引き上げ完了のつど黒鉛るつぼの変形量を測定し、合わせ面の開き量が所定の値を超える場合は黒鉛るつぼを新品と交換している。黒鉛るつぼの変形量が所定値を超えない段階であっても、黒鉛るつぼの内面に蓄積される不純物たとえばカルシウム、ナトリウム等の量は使用回数を重ねるごとに増加し、単結晶中の酸素誘起積層欠陥(OSFともいう)発生頻度の増大を招く。

【0004】 このように、黒鉛るつぼの使用回数の増加に伴って単結晶化が阻害されたり、単結晶中の酸素誘起

積層欠陥が発生しやすくなるため、結果として黒鉛るつぼの使用回数が制限され、コスト高を招く。本発明は上記従来の問題点に着目してなされたもので、単結晶化率を向上させ、単結晶中の酸素誘起積層欠陥の発生率を低減するとともに、黒鉛るつぼの耐用回数を延長させることができるように半導体単結晶の製造方法を提供することを目的としている。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】 上記目的を達成するため、本発明に係る半導体単結晶の製造方法は、引き上げ法による半導体単結晶の製造において、原料融液を貯留するるつぼとこのるつぼを収容する支持体との隙間に、前記支持体の内面を被覆する耐熱性シートを挟持させる構成とし、このような構成において、耐熱性シートが炭素繊維からなるものであることを特徴としている。

## 【0006】

【作用】 上記構成によれば、原料融液を貯留するるつぼすなわち石英るつぼと、この石英るつぼを収容する支持体すなわち黒鉛るつぼとの隙間に炭素繊維からなる耐熱性シートを挟持させて単結晶の引き上げを行うことにして、前記耐熱性シートの介在により黒鉛るつぼが直接石英るつぼに接触せず、黒鉛るつぼの分割面および内面のSiC化が抑制される。また、従来は黒鉛るつぼの内面に蓄積した不純物が、本発明の適用により前記耐熱性シートに蓄積されることになるので、1回ないし数回の単結晶引き上げのつど耐熱性シートを交換することにより、黒鉛るつぼに蓄積する不純物の量を大幅に減らすことができる。

## 【0007】

【実施例】 以下に本発明に係る半導体単結晶の製造方法の実施例について、図面を参照して説明する。図1は、第1実施例に基づく黒鉛るつぼおよびこの黒鉛るつぼ内に収容した石英るつぼの概略断面図である。黒鉛るつぼ1と石英るつぼ2との隙間には、全面にわたって耐熱性シート3が挟持されている。前記耐熱性シート3は炭素繊維からなる布状のもので、シートの厚さは3mm以下であることが望ましい。本実施例では厚さ0.4mmのシートを用いた。前記耐熱性シート3は、黒鉛るつぼ1の内面底部を被覆する底面シート3aと、黒鉛るつぼ1の底部以外の内周面を被覆する側面シート3bとからなっている。底面シート3aは図2に示すように耐熱性シートを円形に裁断した上、黒鉛るつぼ1の内面底部を隙間なく、またシートの重なり合う部分が生じないように、放射状の切れ目を入れたものである。側面シート3bは図3に示すように耐熱性シートを長方形に裁断したもので、黒鉛るつぼ1の底部を除く内周面を覆うものである。これらのシート3a、3bにより黒鉛るつぼ1の内面が隙間なく被覆される。底面シート3aと側面シート3bとを一体に裁断してもよい。

【0008】 上記耐熱性シート3を黒鉛るつぼ1と石英

るつぼ2とで挟持した上、石英るつぼ2内に原料のシリコン多結晶を充填し、これを加熱、溶融してシリコン単結晶を引き上げる。耐熱性シート3は石英るつぼ2に接触しているため、黒鉛るつぼ1に代わって耐熱性シート3のSiC化および不純物の蓄積が起こる。従って、引き上げ作業を1回ないし数回行った後、耐熱性シート3を新品に交換しなければならない。耐熱性シート3の使用により、黒鉛るつぼ1の分割面や内面のSiC化や減肉、汚染が抑止され、黒鉛るつぼの耐用回数を従来の2倍以上とすることことができた。

【0009】図4～図6は、本実施例において黒鉛るつぼの内外面に蓄積される不純物の量的変化の一例を示すもので、これと対比するため従来の単結晶製造方法における黒鉛るつぼの不純物蓄積状況の一例を図9～図11に示す。これらの図において、実線で記載したものは黒鉛るつぼの内面に蓄積した不純物量の変化を示し、点線で記載したものは黒鉛るつぼの外面に蓄積した不純物量の変化を示す。また、図4および図9はカリウム、図5および図10はカルシウム、図6および図11はナトリウムの蓄積量である。従来の単結晶製造方法においては、黒鉛るつぼの使用回数に比例してその内面の蓄積量が増加している。しかし本実施例の場合は各元素ともほとんど増加せず、耐熱性シートの使用による効果が現れている。

【0010】図7は、黒鉛るつぼの使用回数と単結晶中の酸素誘起積層欠陥発生率との関係を示す図で、本実施例に基づくデータを実線で記載し、従来の単結晶製造方法によるデータを点線で記載した。この図で分かるように、黒鉛るつぼの内面を耐熱性シートで被覆して黒鉛るつぼの内面に蓄積する不純物量を減らすことにより、単結晶中の酸素誘起積層欠陥発生を半減させることができた。

【0011】第2実施例は、黒鉛るつぼの内面形状に適合するように成形した耐熱性シートを用意し、これを黒鉛るつぼと石英るつぼとの隙間に挟持させるもので、前記シートの装着を極めて容易に行うことができる。また図8は、第3実施例として黒鉛るつぼ1の底面のみを耐熱性シートで被覆した場合の概略断面図である。この場合、図2に示した底面シート3aを用いて黒鉛るつぼ1の底面を被覆すればよい。これらの他に、黒鉛るつぼの内面形状に適合するように適當な大きさに裁断した耐熱性スペーサを、黒鉛るつぼの内面に隙間なく、かつ重なり合う部分がないように敷き詰めてよい。

## 【0012】

【発明の効果】以上説明したように本発明によれば、黒鉛るつぼの内面や分割面のSiC化あるいは不純物の蓄積を抑止する手段として、黒鉛るつぼと石英るつぼとの隙間に炭素繊維からなるシートを介在させて単結晶の引き上げを行うことにしたので、従来、石英るつぼとの接触によって発生していた黒鉛るつぼの変形や不純物の蓄積が著しく低減し、これに伴って単結晶化率の向上および酸素誘起積層欠陥発生率の半減が可能となる。また、黒鉛るつぼの汚染、劣化が抑止されることにより、黒鉛るつぼの耐用回数を従来の2倍以上に伸ばすことができ、これらを組合して単結晶製造コストの低減に寄与することができる。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】耐熱性シートを挟持した黒鉛るつぼと石英るつぼの概略断面図である。

【図2】底面シートの平面図である。

【図3】側面シートの平面図である。

【図4】耐熱性シートを用いたとき、黒鉛るつぼの内外面に蓄積されるカリウムの量的変化を示す図である。

【図5】耐熱性シートを用いたとき、黒鉛るつぼの内外面に蓄積されるカルシウムの量的変化を示す図である。

【図6】耐熱性シートを用いたとき、黒鉛るつぼの内外面に蓄積されるナトリウムの量的変化を示す図である。

【図7】黒鉛るつぼの使用回数と単結晶中の酸素誘起積層欠陥発生率との関係を示す図である。

【図8】耐熱性シートを底面のみに挟持した黒鉛るつぼと石英るつぼの概略断面図である。

【図9】従来の単結晶製造方法において、黒鉛るつぼの内外面に蓄積されるカリウムの量的変化を示す図である。

【図10】従来の単結晶製造方法において、黒鉛るつぼの内外面に蓄積されるカルシウムの量的変化を示す図である。

【図11】従来の単結晶製造方法において、黒鉛るつぼの内外面に蓄積されるナトリウムの量的変化を示す図である。

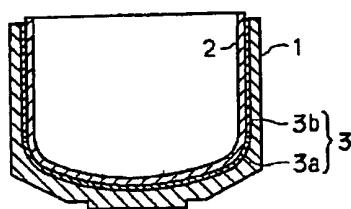
## 【符号の説明】

- 1 黒鉛るつぼ
- 2 石英るつぼ
- 3 耐熱性シート
- 3a 底面シート
- 3b 側面シート

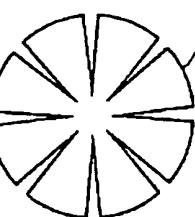
【図3】



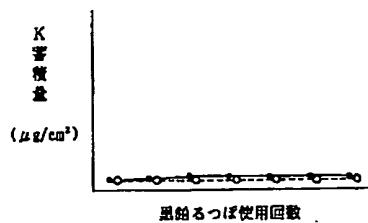
【図1】



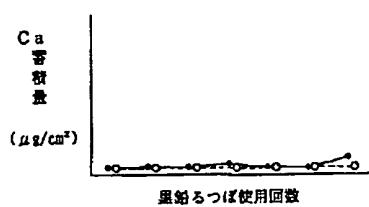
【図2】



【図4】



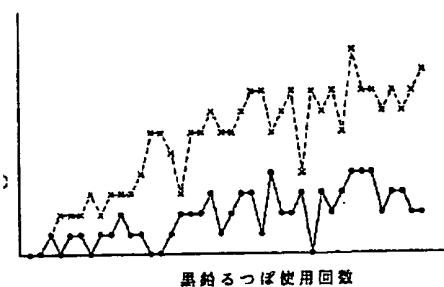
【図5】



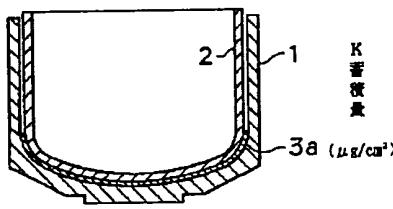
【図6】



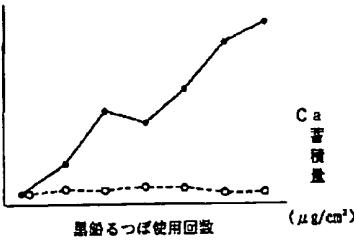
【図7】



【図8】



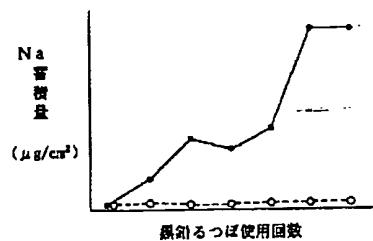
【図9】



【図10】



【図11】



## MACHINE-ASSISTED TRANSLATION (MAT):

(19)【発行国】  
日本国特許庁 (JP)

**(19)[ISSUING COUNTRY]**  
Japanese Patent Office (JP)

(12)【公報種別】  
公開特許公報 (A)

Laid-open (kokai) patent application number (A)

(11)【公開番号】  
特開平6-293588

**(11)[UNEXAMINED PATENT NUMBER]**  
Unexamined-Japanese-Patent 6-293588

(43)【公開日】  
平成6年(1994) 10月2  
1日

**(43)[DATE OF FIRST PUBLICATION]**  
October 21st, Heisei 6 (1994)

(54)【発明の名称】  
半導体単結晶の製造方法

**(54)[TITLE]**  
The manufacturing method of a semiconductor  
single crystal

(51)【国際特許分類第5版】  
C30B 15/12  
29/06 502 C 8216-  
4G H 8216- H 01L 21/208 P 9277-4M  
H 01L 21/208 P  
9277-4M

**(51)[IPC]**  
C30B 15/12  
29/06 502 C 8216-4G  
H 8216-4G  
H 01L 21/208 P 9277-4M

【審査請求】  
未請求

**[EXAMINATION REQUEST]**  
UNREQUESTED

【請求項の数】 2

**[NUMBER OF CLAIMS]** 2

【出願形態】 FD

**[Application form]** FD

【全頁数】 4

**[NUMBER OF PAGES]** 4

(21)【出願番号】  
特願平5-105175

**(21)[APPLICATION NUMBER]**  
Unexamined-Japanese-patent 5-105175

(22)【出願日】  
平成5年(1993) 4月7日

**(22)[DATE OF FILING]**  
April 7th, Heisei 5 (1993)

(71)【出願人】

(71)[PATENTEE/ASSIGNEE]

【識別番号】

0 0 0 1 8 4 7 1 3

[ID CODE]

000184713

【氏名又は名称】

コマツ電子金属株式会社

Komatsu Electron Metals Co. Ltd.

【住所又は居所】

神奈川県平塚市四之宮 2 6 1 2

番地

[ADDRESS]

(72)【発明者】

(72)[INVENTOR]

【氏名】 藤山 辰浩

Tatsuji Fujiyama

【住所又は居所】

神奈川県平塚市四之宮 2 6 1 2

小松電子金属株式会社内

[ADDRESS]

(72)【発明者】

(72)[INVENTOR]

【氏名】 園田 浩二

Koji Sonoda

【住所又は居所】

神奈川県平塚市四之宮 2 6 1 2

小松電子金属株式会社内

[ADDRESS]

(72)【発明者】

(72)[INVENTOR]

【氏名】 朝長 恒成

Tsunenari Asanaga

【住所又は居所】

神奈川県平塚市四之宮 2 6 1 2

小松電子金属株式会社内

[ADDRESS]

(57)【要約】

(57)[SUMMARY]

**【目的】**

引き上げ法による半導体単結晶の製造において、単結晶化率の向上および酸素誘起積層欠陥の発生率低減と、黒鉛るつぼの耐用回数増大が可能な製造方法を提供する。

**[OBJECT]**

In manufacture of the semiconductor single crystal by the Czochralski method, the manufacturing method in which the improvement in the rate of single-crystal-izing and an incidence reduction of an oxygen induction stacking fault and the frequency increase of durability of a graphite crucible are possible is provided.

**【構成】**

黒鉛るつぼ1と石英るつぼ2との隙間に、炭素繊維からなる耐熱性シート3を挟持させて単結晶の引き上げを行う。前記耐熱性シート3は、底面シート3aと側面シート3bによって構成され、黒鉛るつぼ1の内面を被覆する。これにより、黒鉛るつぼ1の分割面および内面のSiC化と、これに伴うるつぼの変形が抑止される。また、従来は黒鉛るつぼ1の内面に蓄積された不純物が前記耐熱性シート3に蓄積される。従って、1回ないし数回の単結晶引き上げのつど耐熱性シート3を交換することにより、黒鉛るつぼ1内面の減肉が抑止されるとともに、内面に蓄積される不純物の量を大幅に減らすことができる。

**[SUMMARY OF THE INVENTION]**

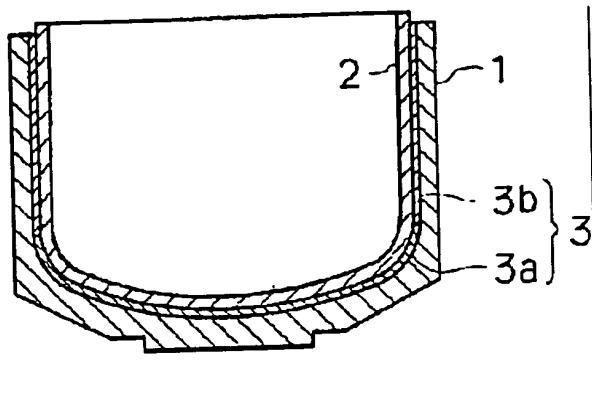
The gap between a graphite crucible 1 and the quartz crucible 2 is made to support the heat-resistant sheet 3 which consists of carbon fiber, and a drawing of a single crystal is performed.

The above-mentioned heat-resistant sheet 3 is composed by base sheet 3a and side sheet 3b, and carries out the coating of inner surface of a graphite crucible 1.

Thereby, SiC-izing of the parting plane of a graphite crucible 1 and inner surface and a deformation of the crucible accompanied by this are restricted.

Moreover, the impurity accumulated at inner surface of a graphite crucible 1 is accumulated conventionally at the above-mentioned heat-resistant sheet 3.

Therefore, while the thinning of graphite-crucible 1 inner surface is restricted by interchanging the heat-resistant sheet 3 at every single crystal drawing of 1 time or several times, the quantity of the impurity accumulated at inner surface can be reduced sharply.



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

引き上げ法による半導体単結晶の製造において、原料融液を貯留するつぼとこのるつぼを収容する支持体との隙間に、前記支持体の内面を被覆する耐熱性シートを挟持させることを特徴とする半導体単結晶の製造方法。

## 【請求項 2】

耐熱性シートが炭素繊維からなるものであることを特徴とする請求項 1 の半導体単結晶の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【産業上の利用分野】

本発明は、半導体単結晶の製造方法に関する。

## 【0002】

## [CLAIMS]

## [CLAIM 1]

A manufacturing method of the semiconductor single crystal, in which the gap between the support bodies which accommodate the crucible which stores raw-material melt solution, and this crucible is made to support the heat-resistant sheet which carries out the coating of inner surface of an above-mentioned support body, in manufacture of the semiconductor single crystal by the Czochralski method.

## [CLAIM 2]

A manufacturing method of the semiconductor single crystal of Claim 1, in which a heat-resistant sheet consists of carbon fiber.

## [DETAILED DESCRIPTION OF INVENTION]

## [0001]

## [INDUSTRIAL APPLICATION]

This invention relates to the manufacturing method of a semiconductor single crystal.

## [0002]



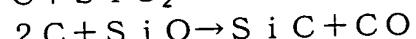
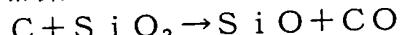
## 【従来の技術】

半導体集積回路の基本材料であるシリコン単結晶の製造方法の一つとして、るっぽ内の原料融液から円柱状の単結晶を引き上げる引き上げ法が用いられている。引き上げ法においては、黒鉛るっぽ内に収容した石英るっぽに高純度の多結晶シリコンを充填し、この多結晶シリコンを前記黒鉛るっぽの外周を取り巻くように設けた黒鉛ヒータによって加熱溶融した上、シードチャックに取り付けた種子結晶を前記融液に浸漬し、シードチャックと黒鉛るっぽとを同方向または逆方向に回転しつつシードチャックを引き上げて、シリコン単結晶を成長させる。

【0003】

## 【発明が解決しようとする課題】

引き上げ法によりシリコン単結晶の成長を行う場合、黒鉛るっぽと石英るっぽとが下記の式に示すような化学反応を起こし、黒鉛るっぽがSiC化する。



一般に黒鉛るっぽは2分割ないし3分割されているが、分割面がSiC化すると合わせ面の隙間が次第に大きくなり、黒鉛るっぽの変形が起こる。これに伴って前記黒鉛るっぽ内に収容された石英るっぽも変形して融液面位置が変化するとともに、前

## [PRIOR ART]

The Czochralski method which pulls up an cylinder shaped single crystal from the raw-material melt solution in a crucible as one of the manufacturing methods of the silicon single crystal which is the basic material of a semiconductor integrated circuit is used.

In the Czochralski method, the quartz crucible accommodated in the graphite crucible is filled with polycrystalline silicon of a high purity.

A seed chuck is pulled up, immersing the seed crystal installed in the seed chuck to above-mentioned melt solution on heat fused, and rotating a seed chuck and a graphite crucible to a same direction or a reverse direction at the graphite heater which provided this polycrystalline silicon so that the periphery of an above-mentioned graphite crucible might be surrounded.

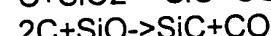
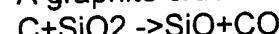
A silicon single crystal is grown up.

[0003]

## [PROBLEM ADDRESSED]

When performing silicon single crystal growth by the Czochralski method, the chemical reaction which a graphite crucible and a quartz crucible show in a following formula is caused.

A graphite crucible SiC-izes.



Generally, a graphite crucible does not have a two-division and is carried out 3 dividing.

However, if a parting plane SiC-izes, the gap between mating faces will become large gradually.

A deformation of a graphite crucible happens. While the quartz crucible accommodated in the above-mentioned graphite crucible in connection with this is also deformed and a melt-solution surface position changes, in order that the temperature near the parting plane of an above-mentioned graphite crucible may

記黒鉛るつぼの分割面近傍の温度が低下するため、融液の温度分布が変化して引き上げ中の単結晶の成長が阻害される。また、単結晶の熱履歴も変化する。このような不具合の発生を未然に防止するため、単結晶の引き上げ完了のつど黒鉛るつぼの変形量を測定し、合わせ面の開き量が所定の値を超える場合は黒鉛るつぼを新品と交換している。黒鉛るつぼの変形量が所定値を超えない段階であっても、黒鉛るつぼの内面に蓄積される不純物たとえばカルシウム、ナトリウム等の量は使用回数を重ねるごとに増加し、単結晶中の酸素誘起積層欠陥(OSFともいう)発生頻度の増大を招く。

## 【0004】

このように、黒鉛るつぼの使用回数の増加に伴って単結晶化が阻害されたり、単結晶中の酸素誘起積層欠陥が発生しやすくなるため、結果として黒鉛るつぼの使用回数が制限され、コスト高を招く。本発明は上記従来の問題点に着目してなされたもので、単結晶化率を向上させ、単結晶中の酸素誘起積層欠陥の発生率を低減するとともに、黒鉛るつぼの耐用回数を延長させることができるように半導体単結晶の製造方法を提供することを目的としている。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】  
上記目的を達成するため、本発

reduce, the temperature distribution of melt solution changes and the growth of the single crystal in the pulling up is inhibited.

Moreover, the heat history of a single crystal also changes.

In order to prevent generation of such fault beforehand, deformation of a graphite crucible is measured at every drawing-of-a-single-crystal finalization.

The graphite crucible is interchanged for a new article when the amount of difference of a mating face exceeds specified value.

Even when it is the stage where the deformation of a graphite crucible does not exceed specified value, whenever it accumulates the frequency of usage, it increases, and quantity, such as the impurity, for example, calcium, accumulated at inner surface of a graphite crucible and a sodium, causes increase of the oxygen induction stacking-fault (called OSF) generation frequency in a single crystal.

## 【0004】

Thus, single-crystal-ization is inhibited in connection with the gain of the frequency of usage of a graphite crucible.

Moreover, since the oxygen induction stacking fault in a single crystal becomes easy to generate, the frequency of usage of a graphite crucible is limited as a result.

Cost high is caused.

This invention was made paying attention to the trouble of the above former, and raises the rate of single-crystal-izing.

While reducing the incidence of the oxygen induction stacking fault in a single crystal, it aims at providing the manufacturing method of a semiconductor single crystal the frequency of durability of a graphite crucible is extended.

## 【0005】

## 【SOLUTION OF THE INVENTION】

In order to attain the above objective, the

明に係る半導体単結晶の製造方法は、引き上げ法による半導体単結晶の製造において、原料融液を貯留するるつぼとこのるつぼを収容する支持体との隙間に、前記支持体の内面を被覆する耐熱性シートを挟持させる構成とし、このような構成において、耐熱性シートが炭素繊維からなるものであることを特徴としている。

manufacturing method of the semiconductor single crystal based on this invention makes support it and makes composition the heat-resistant sheet which carries out the coating of inner surface of an above-mentioned support body, in manufacture of the semiconductor single crystal by the Czochralski method in the gap between the support bodies which accommodate the crucible which stores raw-material melt solution, and this crucible.

In such a composition, it is characterized by being that which a heat-resistant sheet becomes from carbon fiber.

## 【0006】

## [0006]

## 【作用】

上記構成によれば、原料融液を貯留するるつぼすなわち石英るつぼと、この石英るつぼを収容する支持体すなわち黒鉛るつぼとの隙間に炭素繊維からなる耐熱性シートを挟持させて単結晶の引き上げを行うことにしたので、前記耐熱性シートの介在により黒鉛るつぼが直接石英るつぼに接触せず、黒鉛るつぼの分割面および内面のSiC化が抑制される。また、従来は黒鉛るつぼの内面に蓄積した不純物が、本発明の適用により前記耐熱性シートに蓄積されることになるので、1回ないし数回の単結晶引き上げのつど耐熱性シートを交換することにより、黒鉛るつぼに蓄積する不純物の量を大幅に減らすことができる。

## [EFFECT]

Since it made making the gap between the support body, i.e., graphite crucible, the crucible, i.e., quartz crucible, which stores raw-material melt solution, which accommodates this quartz crucible support the heat-resistant sheet which consists of carbon fiber, and performing a drawing of a single crystal according to the above composition, a graphite crucible does not contact to a direct quartz crucible by the lie between of an above-mentioned heat-resistant sheet, but SiC-ization of the parting plane of a graphite crucible and inner surface is restricted.

Moreover, conventionally, since the impurity accumulated to inner surface of a graphite crucible will be accumulate by application of this invention at an above-mentioned heat-resistant sheet, it can reduce sharply the quantity of the impurity accumulated to a graphite crucible by interchanging a heat-resistant sheet at every single crystal drawing of 1 time or several times.

## 【0007】

## [0007]

## 【実施例】

以下に本発明に係る半導体単結

## [Example]

The Example of the manufacturing method of

晶の製造方法の実施例について、図面を参照して説明する。図1は、第1実施例に基づく黒鉛るつぼおよびこの黒鉛るつぼ内に収容した石英るつぼの概略断面図である。黒鉛るつぼ1と石英るつぼ2との隙間には、全面にわたって耐熱性シート3が挟持されている。前記耐熱性シート3は炭素繊維からなる布状のもので、シートの厚さは3mm以下であることが望ましい。本実施例では厚さ0.4mmのシートを用いた。前記耐熱性シート3は、黒鉛るつぼ1の内面底部を被覆する底面シート3aと、黒鉛るつぼ1の底部以外の内周面を被覆する側面シート3bとからなっている。底面シート3aは図2に示すように耐熱性シートを円形に裁断した上、黒鉛るつぼ1の内面底部を隙間なく、またシートの重なり合う部分が生じないように、放射状の切れ目を入れたものである。側面シート3bは図3に示すように耐熱性シートを長方形に裁断したもので、黒鉛るつぼ1の底部を除く内周面を覆うものである。これらのシート3a, 3bにより黒鉛るつぼ1の内面が隙間なく被覆される。底面シート3aと側面シート3bとを一体に裁断してもよい。

## 【0008】

上記耐熱性シート3を黒鉛るつぼ1と石英るつぼ2とで挟持した上、石英るつぼ2内に原料のシリコン多結晶を充填し、これを加熱、溶融してシリコン単結晶を製造する。

the semiconductor single crystal based on this invention is demonstrated with reference to a drawing below.

A diagram 1 is a schematic sectional drawing of the graphite crucible based on the 1st Example, and the quartz crucible accommodated in this graphite crucible.

It migrates to the gap between a graphite crucible 1 and the quartz crucible 2 entirely, and the heat-resistant sheet 3 is supported.

The above-mentioned heat-resistant sheet 3 is the cloth-like thing which consists of carbon fiber, and, as for the thickness of a sheet, it is desirable that it is 3 mm or less.

The sheet with a thickness of 0.4 mm was used in this Example.

The above-mentioned heat-resistant sheet 3 consists of the base sheet 3a which carries out the coating of the inner surface bottom part of a graphite crucible 1, and the side sheet 3b which carries out the coating of the internal-circumference surfaces other than the bottom part of a graphite crucible 1.

Base sheet 3a puts a radial cut so that the part which there is no gap and a sheet overlaps in which may not produce the inner surface bottom part of a graphite crucible 1 after cutting a heat-resistant sheet circularly, as shown in a diagram 2.

Side sheet 3b is that which cut the heat-resistant sheet in the rectangle as shown in a diagram 3, and is covering the internal-circumference surface except the bottom part of a graphite crucible 1.

The coating of inner surface of a graphite crucible 1 is carried out without gap with these sheets 3a and 3b.

Base sheet 3a and side sheet 3b may be cut integrally.

## 【0008】

After supporting the above heat-resistant sheet 3 with a graphite crucible 1 and the quartz crucible 2, it is filled with the silicon polycrystal of a raw material in the quartz crucible 2.

This is heated and melted and a silicon single crystal is pulled up.

晶を引き上げる。耐熱性シート3は石英るつぼ2に接触しているため、黒鉛るつぼ1に代わって耐熱性シート3のSiC化および不純物の蓄積が起こる。従って、引き上げ作業を1回ないし数回行った後、耐熱性シート3を新品に交換しなければならない。耐熱性シート3の使用により、黒鉛るつぼ1の分割面や内面のSiC化や減肉、汚染が抑止され、黒鉛るつぼの耐用回数を従来の2倍以上とすることができた。

#### 【0009】

図4～図6は、本実施例において黒鉛るつぼの内外面に蓄積される不純物の量的変化の一例を示すもので、これと対比するため従来の単結晶製造方法における黒鉛るつぼの不純物蓄積状況の一例を図9～図11に示す。これらの図において、実線で記載したものは黒鉛るつぼの内面に蓄積した不純物量の変化を示し、点線で記載したものは黒鉛るつぼの外面に蓄積した不純物量の変化を示す。また、図4および図9はカリウム、図5および図10はカルシウム、図6および図11はナトリウムの蓄積量である。従来の単結晶製造方法においては、黒鉛るつぼの使用回数に比例してその内面の蓄積量が増加している。しかし本実施例の場合は各元素ともほとんど増加せず、耐熱性シートの使用による効果が現れている。

#### 【0010】

図7は、黒鉛るつぼの使用回数

Since the heat-resistant sheet 3 is contacted to the quartz crucible 2, instead of a graphite crucible 1, SiC-izing of the heat-resistant sheet 3 and accumulation of an impurity happen.

Therefore, 1 time or after carrying out several times, the heat-resistant sheet 3 must be interchanged pulling-up operation for a new article.

SiC-izing and the thinning of the parting plane of a graphite crucible 1 or inner surface, and a contamination are restricted by usage of the heat-resistant sheet 3.

The frequency of durability of a graphite crucible was able to be carried out to more than the conventional double.

#### [0009]

Fig. 4 - 6 shows an example of the quantitative alteration of the impurity accumulated in this Example in the inside-and-outside surface of a graphite crucible, and in order to contrast with this, it shows an example of the impurity accumulation situation of the graphite crucible in the conventional single-crystal manufacturing method in Fig. 9 - 11.

These things described as the continuous line show a change of the impurities quantity accumulated to inner surface of a graphite crucible in the figure.

What was described by the dotted line shows a change of the impurities quantity accumulated on the outer surface of a graphite crucible.

Moreover, Fig. 4 and 9 is storage quantity of potassium, Fig. 5 and 10 calcium and Fig. 6 and 11 sodium.

In the conventional single-crystal manufacturing method, a storage quantity of the inner surface is increasing in proportion to the frequency of usage of a graphite crucible.

However in the case of this Example, each element is not increased most, but the effect by usage of a heat-resistant sheet has appeared.

#### [0010]

A diagram 7 is a diagram showing the

と単結晶中の酸素誘起積層欠陥発生率との関係を示す図で、本実施例に基づくデータを実線で記載し、従来の単結晶製造方法によるデータを点線で記載した。この図で分かるように、黒鉛るつぼの内面を耐熱性シートで被覆して黒鉛るつぼの内面に蓄積する不純物量を減らすことにより、単結晶中の酸素誘起積層欠陥発生を半減させることができた。

relationship of the frequency of usage of a graphite crucible, and the oxygen induction stacking-fault incidence in a single crystal, and describes the data based on this Example as a continuous line.

The dotted line described the data by the conventional single-crystal manufacturing method.

The oxygen induction stacking-fault generation in a single crystal was able to be made to reduce by half by reducing the impurities quantity which the coating of inner surface of a graphite crucible is carried out with a heat-resistant sheet, and is accumulated to inner surface of a graphite crucible so that it may understand in this diagram.

### 【0011】

第2実施例は、黒鉛るつぼの内面形状に適合するように成形した耐熱性シートを用意し、これを黒鉛るつぼと石英るつぼとの隙間に挟持させるもので、前記シートの装着を極めて容易に行うことができる。また図8は、第3実施例として黒鉛るつぼ1の底面のみを耐熱性シートで被覆した場合の概略断面図である。この場合、図2に示した底面シート3aを用いて黒鉛るつぼ1の底面を被覆すればよい。これらの他に、黒鉛るつぼの内面形状に適合するように適当な大きさに裁断した耐熱性スペーサを、黒鉛るつぼの内面に隙間なく、かつ重なり合う部分がないように敷き詰めてもよい。

### [0011]

A second Example prepares the heat-resistant sheet shaped so that the inner surface shape of a graphite crucible might be adapted, and makes the gap between a graphite crucible and a quartz crucible support this.

An above-mentioned sheet can be installed very easily.

Moreover a diagram 8 is a schematic sectional drawing at the time of covering only the base of a graphite crucible 1 with a heat-resistant sheet as a 3rd Example.

In this case, what is sufficient is just to carry out the coating of the base of a graphite crucible 1 using base sheet 3a shown in a diagram 2.

There is no gap in inner surface of a graphite crucible, and the heat-resistant spacer cut in suitable magnitude so that the inner surface shape of a graphite crucible other than these might be adapted may be laid over so that there may be no overlapping part.

### 【0012】

### [0012]

#### 【発明の効果】

以上説明したように本発明によれば、黒鉛るつぼの内面や分割

#### [EFFECT OF THE INVENTION]

Since it considered as means to restrict SiCizing of inner surface of a graphite crucible, or a

面のSiC化あるいは不純物の蓄積を抑止する手段として、黒鉛るつぼと石英るつぼとの隙間に炭素繊維からなるシートを介在させて単結晶の引き上げを行うことにしたので、従来、石英るつぼとの接触によって発生していた黒鉛るつぼの変形や不純物の蓄積が著しく低減し、これに伴って単結晶化率の向上および酸素誘起積層欠陥発生率の半減が可能となる。また、黒鉛るつぼの汚染、劣化が抑止されることにより、黒鉛るつぼの耐用回数を従来の2倍以上に伸ばすことができ、これらを総合して単結晶製造コストの低減に寄与することができる。

parting plane, or accumulation of an impurity and it made making the sheet which becomes the gap between a graphite crucible and a quartz crucible from carbon fiber interpose, and performing a drawing of a single crystal, as explained above, according to this invention, a deformation of the graphite crucible and accumulation of the impurity which were generating by contact with a quartz crucible reduce remarkably conventionally.

In connection with this, the improvement in the rate of single-crystal-izing and a reduction by half of the oxygen induction stacking-fault incidence can be performed.

Moreover, the frequency of durability of a graphite crucible can be lengthened by restricting contamination of a graphite crucible, and deterioration more than the conventional double.

These can be synthesized and it can contribute to a reduction of a single-crystal manufacturing cost.

**【図面の簡単な説明】**

**[BRIEF EXPLANATION OF DRAWINGS]**

**【図1】**

耐熱性シートを挟持した黒鉛るつぼと石英るつぼの概略断面図である。

**[FIGURE 1]**

It is the schematic sectional drawing of the graphite crucible which supported the heat-resistant sheet, and a quartz crucible.

**【図2】**

底面シートの平面図である。

**[FIGURE 2]**

It is the top view of a base sheet.

**【図3】**

側面シートの平面図である。

**[FIGURE 3]**

It is the top view of a side sheet.

**【図4】**

耐熱性シートを用いたとき、黒鉛るつぼの内外面に蓄積されるカリウムの量的変化を示す図である。

**[FIGURE 4]**

When using a heat-resistant sheet, it is the diagram showing the quantitative alteration of potassium accumulated in the inside-and-outside surface of a graphite crucible.

**【図5】**

耐熱性シートを用いたとき、黒

**[FIGURE 5]**

When using a heat-resistant sheet, it is the

鉛るつぼの内外面に蓄積されるカルシウムの量的変化を示す図である。

**【図 6】**

耐熱性シートを用いたとき、黒鉛るつぼの内外面に蓄積されるナトリウムの量的変化を示す図である。

**【図 7】**

黒鉛るつぼの使用回数と単結晶中の酸素誘起積層欠陥発生率との関係を示す図である。

**【図 8】**

耐熱性シートを底面のみに挟持した黒鉛るつぼと石英るつぼの概略断面図である。

**【図 9】**

従来の単結晶製造方法において、黒鉛るつぼの内外面に蓄積されるカリウムの量的変化を示す図である。

**【図 10】**

従来の単結晶製造方法において、黒鉛るつぼの内外面に蓄積されるカルシウムの量的変化を示す図である。

**【図 11】**

従来の単結晶製造方法において、黒鉛るつぼの内外面に蓄積されるナトリウムの量的変化を示す図である。

**【符号の説明】**

- 1 黒鉛るつぼ
- 2 石英るつぼ

diagram showing the quantitative alteration of calcium accumulated in the inside-and-outside surface of a graphite crucible.

**[FIGURE 6]**

When using a heat-resistant sheet, it is the diagram showing the quantitative alteration of the sodium accumulated in the inside-and-outside surface of a graphite crucible.

**[FIGURE 7]**

It is the diagram showing the relationship of the frequency of usage of a graphite crucible, and the oxygen induction stacking-fault incidence in a single crystal.

**[FIGURE 8]**

It is the schematic sectional drawing of the graphite crucible which supported the heat-resistant sheet only on the base, and a quartz crucible.

**[FIGURE 9]**

In the conventional single-crystal manufacturing method, it is the diagram showing the quantitative alteration of potassium accumulated in the inside-and-outside surface of a graphite crucible.

**[FIGURE 10]**

In the conventional single-crystal manufacturing method, it is the diagram showing the quantitative alteration of calcium accumulated in the inside-and-outside surface of a graphite crucible.

**[FIGURE 11]**

In the conventional single-crystal manufacturing method, it is the diagram showing the quantitative alteration of the sodium accumulated in the inside-and-outside surface of a graphite crucible.

**[EXPLANATION OF DRAWING]**

- 1 Graphite Crucible
- 2 Quartz Crucible